

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**METHOD FOR GROWING SINGLE CRYSTAL FILM OF NITROGEN COMPOUND SEMICONDUCTOR**

Patent Number: JP3080198  
Publication date: 1991-04-04  
Inventor(s): NAKAMURA SHUJI; others: 01  
Applicant(s): NICHIA CHEM IND LTD  
Requested Patent: ☐ JP3080198  
Application Number: JP19890213900 19890819  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C30B29/38; C30B25/14; H01L21/205  
EC Classification:  
Equivalents:

---

**Abstract**

---

**PURPOSE:** To allow the growth at a low temp. and to obtain the single crystal of a semiconductor which is free from distortions and defects and has good quality by using alkyl amine as a nitrogen source of a reaction gas at the time of supplying the reaction gas to reaction environment and growing the single crystal film of the semiconductor of a nitrogen compd. on a substrate.

**CONSTITUTION:** The substrate 1 is imposed on a susceptor 2 provided in a quartz reaction tube 7 and is heated to a prescribed temp. by a high-frequency induction heating coil 3. A compd. contg. Ga, Al, In, As or P (e.g. trimethyl gallium) and the alkyl amine as a nitrogen source (e.g. diethyl amine) are introduced by a carrier gas (e.g. H<sub>2</sub>) into the reaction tube 7 to allow a vapor phase reaction. The single crystal film of the nitrogen compd. semiconductor contg. either or  $\geq 2$  of GaN, AlN, InG, GaAsN and GaPN is grown on the substrate 1.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-80198

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>

C 30 B 29/38

25/14

- H 01 L 21/205

識別記号

庁内整理番号

7158-4G

7158-4G

7739-5F

⑭ 公開 平成3年(1991)4月4日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全8頁)

⑮ 発明の名称 窒素化合物半導体単結晶膜の成長方法

⑯ 特 願 平1-213900

⑰ 出 願 平1(1989)8月19日

⑱ 発 明 者 中 村 修 二 徳島県阿南市上中町岡491番地100 日亜化学工業株式会社内

⑲ 発 明 者 酒 井 士 郎 徳島県徳島市新浜町2丁目3番75号

⑳ 出 願 人 日亜化学工業株式会社 徳島県阿南市上中町岡491番地100

㉑ 代 理 人 弁理士 豊 栖 康 弘

明 細 書

1. 発明の名称

窒素化合物半導体単結晶膜の成長方法

2. 特許請求の範囲

基板を加熱された反応環境にセットし、反応環境に反応ガスを供給して、基板に、窒化ガリウム、窒化アルミニウム、窒化インジウム、窒化ガリウムと窒素、窒化ガリウムリンの何れか、あるいは、これらを2つ以上含む清品の単結晶膜を成長させる窒素化合物単結晶膜を成長させる方法において、窒素源として、アルキルアミン化合物を用いることを特徴とする窒素化合物半導体単結晶膜の成長方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は窒素化合物半導体結晶膜の成長方法に係り、特に結晶膜に窒素化合物を用いた高品質な半導体結晶膜の成長方法に関する。

〔従来の技術とその問題点〕

一般に半導体結晶膜の成長方法として気相法のMOCVD法と、HVPE法の2種類が用いられている。

MOCVD法はトリメチルガリウム(TMG)等の有機化合物とアンモニア(NH<sub>3</sub>)を気相反応させて、その反応生成物を950℃～1200℃の温度で基板上に結晶成長させる方法である。また、HVPE法では塩化ガリウム(GaCl<sub>3</sub>)等のハロゲン化合物とアンモニア(NH<sub>3</sub>)とを気相反応させ950℃～1200℃の温度で結晶成長させる方法である。

上記方法は基板として、通常サファイア(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)のC面(0001)または、炭化ケイ素(SiC)などが用いられることが多い。そのサファイア基板の熱膨張係数は、7.3×10<sup>-6</sup>/degであり、エピタキシャル層であるGaNは、5.6×10<sup>-6</sup>/degと大きく異なる。このため、950℃の反応後成長温度から常温までに冷却する際、膨張係数の違いから基板とエピタキシ

ナル層の界面に応力が発生し転位が生じたり、クラックが発生する欠点がある。

また、この成長温度ではGa<sub>2</sub>Nの分解圧が高く、成長中にエピタキシャル層内に窒素(N)の空孔が生じる欠点がある。このNの空孔は、ドナーとして働き、キャリア濃度は、 $1 \times 10^{18}/\text{cm}^3 \sim 1 \times 10^{19}/\text{cm}^3$ と強いN型伝導を示す。従って、Ga<sub>2</sub>Nは必然的にN型になる。このため、ノンドープの時ですえ強いN型を示すので、P-N接合を得ることは非常に困難である。以上のことから、低温で窒化化合物半導体単結晶膜を成長させることが望まれている。

本発明は、上記事情に鑑み、基板上で歪や欠陥の少ない良質な窒化化合物単結晶膜を400℃～900℃の低温で成長させることを目的として開発されたものである。

【従来の課題を解決する為の手段】

即ち、本発明は、窒素源として、NH<sub>3</sub>の代わりにアルキルアミン化合物を用いている。アルキル

アミン化合物には、

- ① ジエチルアミン  $[\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2]$ 、
- ② トリエチルアミン  $[\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_3]$ 、
- ③ トリメチルアミン  $[\text{N}(\text{CH}_3)_3]$  等が使用できる。

これ等の、アルキルアミン化合物を窒素源に使用して、低温気相反応法、MOCVD、HVPE法により、高品質の窒化化合物単結晶膜を製造する。

窒化化合物単結晶膜は、

- ① 窒化ガリウム、
- ② 窒化アルミニウム、
- ③ 窒化インジウム、
- ④ もしくは、前記の少なくとも2つ以上の物質の混晶である。

基板には、

- ① サファイア ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )、
- ② 炭化ケイ素 ( $\text{SiC}$ )、
- ③ シリコン ( $\text{Si}$ )、

-3-

- ④ ガリウムヒ素 ( $\text{GaAs}$ ) 等を用いることができる。

ガリウム源、アルミニウム源、インジウム源としては、トリメチルガリウム(TMG)、トリエチルガリウム(TEG)、トリメチルアルミニウム(TMA)、トリエチルアルミニウム(TEA)、トリメチルインジウム(TMI)、トリエチルインジウム(TEI)のような有機化合物、または、塩化ガリウム( $\text{GaCl}_3$ )、塩化アルミニウム( $\text{AlCl}_3$ )、塩化インジウム( $\text{InCl}_3$ )等のハロゲン化合物を用いることができる。

反応温度は、400℃～900℃が可能であり、窒化ガリウムでは700℃が好適であり、窒化アルミニウムでは700℃が好適であり、窒化インジウムでは600℃が好適である。

また、MOCVD法における圧力は、0.01～760 Torrの範囲で可能であり、常圧または減圧で反応させることができる。

【実施例】

-5-

以下、実施例を示し、本発明を具体的に説明する。

【実施例1】

第1図に示すMOCVD装置を使用して気相反応させて窒化化合物単結晶膜を製造する。

この図に示す装置は、石英反応管7の上下両端を、フランジ5、6で閉塞している。上のフランジ5を貫通して、ガス配管8、9、10が接続されている。ガス配管8、9には反応ガス源が接続されている。石英反応管7の周囲を囲む状態で、高周波誘導加熱コイル3を配設している。石英反応管7の内部には、シャフト4の上端にカーボンサセプタ2を設け、その上にサファイア基板1を載せている。

第1図に示す装置を使用して、下記の条件で窒化化合物単結晶膜を製造する。

- a. 基板として、サファイア基板を使用する。
- b. 反応ガスとして、下記の①と②を使用する。
- ① トリメチルガリウム(TMG)

-6-

② ジェルチルアミン  $[\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2]$

c. 反応キャリアガスとして、水素ガス ( $\text{H}_2$ ) を使用する。

上記原料を使用して、

① 加熱温度 700℃、

② 圧力 760 Torr (常圧) で、第1図の MOCVD 装置により下記の状態、気相反応させる。

石英反応管 7 の内部に、カーボンセプタ 2 を配置し、この上にサファイア基板を配置する。上方のガス配管 8 から TMC を、ガス配管 9 から  $\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$  を、ガス配管 10 から  $\text{H}_2$  を各々配給して気相反応させる。

反応方法は、反応キャリアガスとして水素 ( $\text{H}_2$ ) を 6ℓ/分供給しながら、700℃、760 Torr に保ち、反応ガスの TMC 及び  $\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$  を、各々  $1 \times 10^{-3}$  モル分率/分、 $8 \times 10^{-3}$  モル分率/分の割合で導入する。この条件下で 30 分間反応させる。

-7-

上記原料により、加熱温度 700℃ で、HVP E 装置を使用して、下記の状態、気相反応させる。

石英反応管 11 に、上方のガス配管 16 から  $\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$  を配給して、ガス配管 17 から  $\text{N}_2$  を配給する。右側のガス配管 18 から塩化水素ガス ( $\text{HCl}$ ) を導入し、配管先端に設置したガリウム ( $\text{Ga}$ ) 15 と反応させ、生成する塩化ガリウム ( $\text{GaCl}$ ) を供給して気相反応をさせる。

反応キャリアガスとして窒素 ( $\text{N}_2$ ) を 6ℓ/分の流量で供給しながら 800℃ に保ち、反応ガスの  $\text{HCl}$  及び  $\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$  を、各々  $1 \times 10^{-3}$  モル分率/分、 $8 \times 10^{-3}$  モル分率/分供給する。ガリウム ( $\text{Ga}$ ) は 850℃ に加熱保持する。この条件下で 30 分間反応させる。

この方法により、高品質で優れた発光特性を示す GaN 単結晶膜が得られた。

[実施例 3]

第1図に示すのと同じ構造の装置を使用して、下記の条件で窒化化合物単結晶膜を製造する。

この方法により、高品質で優れた発光特性を示す GaN 単結晶膜が得られた。

[実施例 2]

第2図に示す HVP E 装置を使用して窒化化合物単結晶膜を製造する。

この図に示される装置は、両端が開通された石英反応管 11 の周囲に、抵抗加熱ヒータ 12 を設けている。石英反応管 11 には、ガス配管 16、17、18 が接続されている。さらに、石英反応管 11 には、操作棒 13 の先端にサファイア基板 14 が載せられている。

第2図に示す装置を使用して、下記の条件で窒化化合物単結晶膜を製造する。

a. 基板として、サファイア基板を使用する。

b. 反応ガスとして、下記の①と②とを使用する。

① 塩化ガリウム ( $\text{GaCl}$ )

② ジェルチルアミン  $[\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2]$

c. キャリアガスとして、窒素ガス ( $\text{N}_2$ ) を使用する。

-8-

a. 基板として、サファイア基板を使用する。

b. 反応ガスとして、下記の①と②とを使用する。

① トリメチルアルミニウム ( $\text{TMAI}$ )

② ジェルチルアミン  $[\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2]$

c. キャリアガスとして水素ガス ( $\text{H}_2$ ) を使用する。

上記原料により、加熱温度 700℃、圧力 100 Torr とし、AlN 単結晶膜を成長させる。石英反応管 7 を減圧するために、真空ポンプ (図示せず) を接続し、真空ポンプで内部の気体を強制的に排気する。

反応ガスとして、反応石英管 11 に供給する、 $\text{TMAI}$  と、 $\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$  とは、各々  $1 \times 10^{-3}$  モル分率/分、 $8 \times 10^{-3}$  モル分率/分とし、キャリアガス  $\text{H}_2$  を 6ℓ/分供給する。

得られた、AlN 単結晶膜は高品質であった。

[実施例 4]

第1図に示すのと同じ構造の MOCVD 装置を使用して、下記の条件で窒化化合物単結晶膜を製造する。

-9-

造する。

- a. 基板として、サファイア基板を使用する。
- b. 反応ガスとして、下記の①と②を使用する。
  - ① トリメチルインジウム (TMI)
  - ② ジエチルアミン  $[\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2]$
- c. キャリアガスとして水素ガス ( $\text{H}_2$ ) を使用する。

上記原料により加熱温度500℃、圧力760 Torrで、100Å単結晶膜を成長させる。

石英反応管7に供給する反応ガスは、TMIと、 $\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ とを、各々 $1 \times 10^{-4}$ モル分率/分、 $8 \times 10^{-3}$ モル分率/分、キャリアガス $\text{H}_2$ を62/分供給する。

得られた、100Å単結晶膜は高品質であった。

#### 【発明の効果】

この発明の窒化合物単結晶膜の製造方法は、窒素源として、アルキルアミン化合物を用いている。この発明の方法は、低温度で高品質の窒化合物の単結晶膜を成長させることができる。この

ため、基板上で歪や欠陥の少ない良質な窒化合物単結晶膜を成長できる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図はこの発明の方法に使用するMOCVD装置の概略断面図。

第2図はこの発明の方法に使用するHVPE装置の概略断面図である。

- 1……サファイア基板、
- 2……カーボンサセプタ、
- 3……高周波誘電加熱コイル、
- 4……シャフト、
- 5、6……フランジ、
- 7……石英反応管、
- 8、9、10……ガス配管、
- 11……石英反応管、
- 12……抵抗加熱ヒーター、
- 13……操作棒、
- 14……サファイア基板、
- 15……ガリウム ( $\text{Ga}$ )、

-11-

-12-

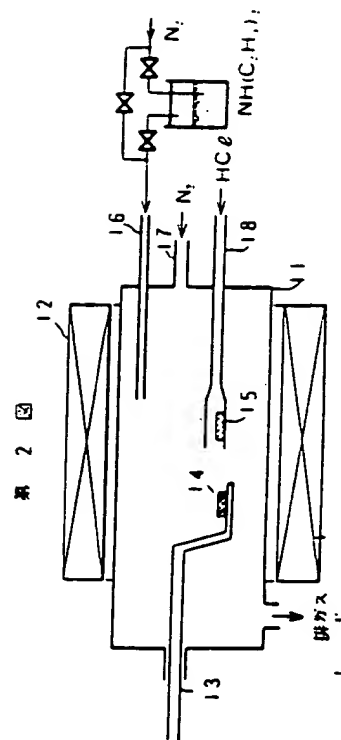
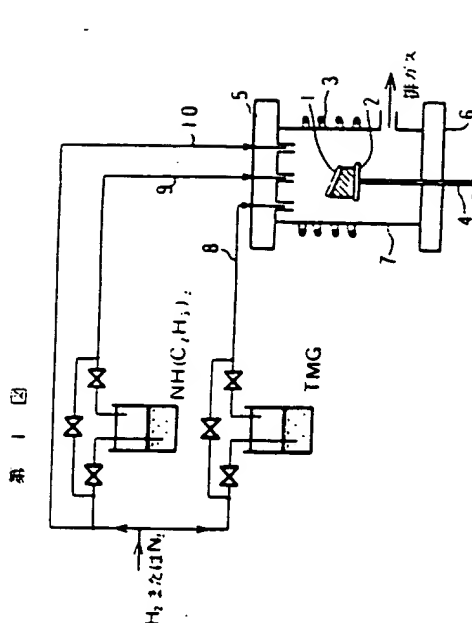
16、17、18……ガス配管。

出願人 日亜化学工業株式会社

代理人 弁理士 豊橋康弘



-13-



手続補正書 (自発)

平成1年11月11日

特許庁長官 吉田 文 晴 殿

1. 事件の表示

平成1年 特 許 願 第213900号

2. 発明の名称

窒素化合物半導体単結晶膜の成長方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 徳島県阿南市上中町491番地100

名 称 日亜化学工業株式会社

代表者 小川 英 治

4. 代 理 人

住 所 徳島県徳島市金沢1丁目5番9号

電話徳島(0886)64-2277(郵便番号770)

氏 名 (7435) 弁護士 豊 橋 康 弘



5/6 登録  
2/3 特許  
1/3 成立

5. 補正命令の日付

自発

6. 補正により増加する請求項の数

なし

方式 審 査 関

7. 補正の対象

明細書の「特許請求の範囲の欄」、「発明の詳細な説明の欄」および図面の第1図。

8. 補正の内容

別紙の通り (補正の対象の欄に記載した事項以外は内容に変更なし)

明 細 書

1. 発明の名称

窒素化合物半導体単結晶膜の成長方法

2. 特許請求の範囲

基板を加熱された反応環境にセットし、反応環境に反応ガスを供給して、基板に  $GaN$ 、 $AlN$ 、 $InN$ 、 $GaAsN$ 、 $GaPN$  の何れか、あるいは、これらを2つ以上含む複合の単結晶膜を成長させる窒素化合物単結晶膜を成長させる方法において、窒素源として、アルキルアミン化合物を用いることを特徴とする窒素化合物半導体単結晶膜の成長方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は窒素化合物半導体単結晶膜の成長方法に係り、特に該結晶膜に窒素化合物を用いた高品質な半導体結晶膜の成長方法に関する。

〔従来の技術とその問題点〕

一般に半導体結晶膜の成長方法として気相法の

MOCVD法と、HVPE法の2種類が用いられている。

MOCVD法はトリメチルガリウム (TMG) 等の有機化合物とアンモニア ( $\text{NH}_3$ ) を気相反応させて、その反応生成物を950℃～1200℃の温度で基板上に結晶成長させる方法である。また、HVPE法では塩化ガリウム ( $\text{GaCl}_3$ ) 等のハロゲン化合物とアンモニア ( $\text{NH}_3$ ) とを気相反応させ950℃～1200℃の温度で結晶成長させる方法である。

上記方法は基板として、通常サファイア ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) のC面 (0001) または、炭化ケイ素 (SiC) などが用いられることが多い。そのサファイア基板の熱膨張係数は、 $7.3 \times 10^{-6}/\text{deg}$  であり、エピタキシャル層であるGa<sub>0.5</sub>Nは、 $5.6 \times 10^{-6}/\text{deg}$  と大きく異なる。このため、950℃の反応後成長温度から常温までに冷却する際、膨張係数の違いから基板とエピタキシャル層の界面に応力が発生し転位が生じたり、ク

ラックが発生する欠点がある。

また、この成長温度ではGa<sub>0.5</sub>Nの分解圧が高く、成長中にエピタキシャル層内に空孔 (N) の空孔が生じる欠点がある。このNの空孔は、ドナーとして働き、キャリア密度は、 $1 \times 10^{18}/\text{cm}^3 \sim 1 \times 10^{19}/\text{cm}^3$  と強いN型伝導を示す。従って、Ga<sub>0.5</sub>Nは必然的にN型になる。このため、ノンドープの時さえ強いN型を示すので、P-N接合を得ることは非常に困難である。以上のことから、低温で窒素化合物半導体単結晶膜を成長させることが望まれている。

本発明は、上記事情に鑑み、基板上で歪や欠陥の少ない良質な窒素化合物単結晶膜を400℃～900℃の低温で成長させることを目的として開発されたものである。

【従来の課題を解決するもの手段】

即ち、本発明は、窒素源として、 $\text{NH}_3$ の代わりにアルキルアミン化合物を用いている。アルキルアミン化合物には、

-2-

- ① ジエチルアミン [ $\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ ],
- ② トリエチルアミン [ $\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_3$ ],
- ③ トリメチルアミン [ $\text{N}(\text{CH}_3)_3$ ] 等が使川できる。

これ等の、アルキルアミン化合物を窒素源に使用して、低温気相反応法、MOCVD、HVPE法により、高品質の窒素化合物単結晶膜を製造する。

窒素化合物単結晶膜は、

- ① GaN,
- ② AlN,
- ③ InN,
- ④ もしくは、前記の少なくとも2つ以上の物質の混晶である。

基板には、

- ① サファイア ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ),
- ② 炭化ケイ素 (SiC),
- ③ シリコン (Si),
- ④ ガリウムと炭 (GaAs) 等を用いることが

-3-

できる。

ガリウム系、アルミニウム系、インジウム系としては、トリメチルガリウム (TMG)、トリエチルガリウム (TEG)、トリメチルアルミニウム (TMA)、トリエチルアルミニウム (TEA)、トリメチルインジウム (TMI)、トリエチルインジウム (TEI) のような有機化合物、または、塩化ガリウム ( $\text{GaCl}_3$ )、塩化アルミニウム ( $\text{AlCl}_3$ )、塩化インジウム ( $\text{InCl}_3$ ) 等のハロゲン化合物を用いることができる。

反応温度は、400℃～900℃が可能であり、Ga<sub>0.5</sub>Nでは700℃が好適であり、AlNでは700℃が好適であり、InNでは600℃が好適である。

また、MOCVD法における圧力は、0.01～760 Torr の範囲で可能であり、常圧または減圧で反応させることができる。

【実施例】

以下、実施例を示し、本発明を具体的に説明す

-4-

-5-



る。

## 〔実施例1〕

第1図に示すMOCVD装置を使用して気相反応させて窒素化合物単結晶膜を製造する。

この図に示す装置は、石英反応管7の上下両端を、フランジ5、6で閉塞している。上のフランジ5を貫通して、ガス配管8、9、10が接続されている。ガス配管8、9には反応ガス源が接続されている。石英反応管7の周囲を囲む状態で、高周波誘導加熱コイル3を配設している。石英反応管7の内部には、シャフト4の上端にカーボンサセブタ2を掛け、その上にサファイア基板1を載せている。

第1図に示す装置を使用して、下記の条件で窒素化合物単結晶膜を製造する。

- a. 基板として、サファイア基板を使用する。
- b. 反応ガスとして、下記の①と②を使用する。
  - ① トリメチルガリウム (TMG)
  - ② ジエチルアミン  $[\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2]$

-6-

すGaN単結晶膜が得られた。

## 〔実施例2〕

第2図に示すHVPE装置を使用して窒素化合物単結晶膜を製造する。

この図に示される装置は、両端が閉塞された石英反応管11の周囲に、抵抗加熱ヒータ12を設けている。石英反応管11には、ガス配管16、17、18が接続されている。さらに、石英反応管11に挿入された操作棒13の先端にサファイア基板14が載せられている。

第2図に示す装置を使用して、下記の条件で窒素化合物単結晶膜を製造する。

- a. 基板として、サファイア基板を使用する。
- b. 反応ガスとして、下記の①と②を使用する。
  - ① 塩化ガリウム ( $\text{GaCl}_3$ )
  - ② ジエチルアミン  $[\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2]$
- c. キャリアガスとして、窒素ガス ( $\text{N}_2$ ) を使用する。

上記原料により、加熱温度700℃で、HVP

-7-

c. 反応キャリアガスとして、水素ガス ( $\text{H}_2$ ) を使用する。

上記原料を使用して、

- ① 加熱温度700℃
- ② 圧力760 Torr (常圧) で、第1図のMOCVD装置により下記の状態で、気相反応させる。

石英反応管7の内部に、カーボンサセブタ2を配置し、この上にサファイア基板を配置する。上方のガス配管8からTMGを、ガス配管9から  $\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$  を、ガス配管10から  $\text{H}_2$  を各々配給して気相反応させる。

反応方法は、反応キャリアガスとして水素 ( $\text{H}_2$ ) を6 L/分供給しながら、700℃、760 Torrに保ち、反応ガスのTMG及び  $\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$  を、各々  $1 \times 10^{-3}$  モル分率、 $8 \times 10^{-3}$  モル分率の割合で導入する。この条件下で30分間反応させる。

この方法により、高品質で優れた発光特性を示

-7-

E装置を使用して、下記の状態で気相反応させる。

石英反応管11に、上方のガス配管16から  $\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$  を配給して、ガス配管17から  $\text{N}_2$  を配給する。右側のガス配管18から塩化水素ガス ( $\text{HCl}$ ) を導入し、配管先端に設置したガリウム ( $\text{Ga}$ ) 15と反応させ、生成する塩化ガリウム ( $\text{GaCl}_3$ ) を供給して気相反応をさせる。

反応キャリアガスとして窒素 ( $\text{N}_2$ ) を6 L/分の流量で供給しながら800℃に保ち、反応ガスの  $\text{HCl}$  及び  $\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$  を、各々  $1 \times 10^{-3}$  モル分率、 $8 \times 10^{-3}$  モル分率供給する。ガリウム ( $\text{Ga}$ ) は850℃に加熱保持する。この条件下で30分間反応させる。

この方法により、高品質で優れた発光特性を示すGaN単結晶膜が得られた。

## 〔実施例3〕

第1図に示すのと同じ構造の装置を使用して、下記の条件で窒素化合物単結晶膜を製造する。

- a. 基板として、サファイア基板を使用する。

-8-

5. 反応ガスとして、下記の①と②を使用する。

① トリメチルアルミニウム (TMA)

② ジェルチルアミン  $[\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2]$

c. キャリアガスとして水素ガス ( $\text{H}_2$ ) を使用する。

上記原料により、加熱温度700℃、圧力100 Torrとして、AlN単結晶膜を成長させる。石英反応管7を減圧するために、真空ポンプ(図示せず)を接続し、真空ポンプで内部の気体を強制的に排気する。

反応ガスとして、反応石英管11に供給する。TMAと、 $\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ とは、各々 $1 \times 10^{-3}$ モル分率、 $8 \times 10^{-3}$ モル分率とし、キャリアガス $\text{H}_2$ を6 L/分供給する。

得られた、AlN単結晶膜は高品質であった。

#### [実施例4]

第1図に示すのと同じ構造のMOCVD装置を使用して、下記の条件で窒素化合物単結晶膜を製造する。

a. 基板として、サファイア基板を使用する。

b. 反応ガスとして、下記の①と②を使用する。

① トリメチルインジウム (TMI)

② ジェルチルアミン  $[\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2]$

c. キャリアガスとして水素ガス ( $\text{H}_2$ ) を使用する。

上記原料により加熱温度500℃、圧力760 Torrで、InN単結晶膜を成長させる。

石英反応管7に供給する反応ガスは、TMIと、 $\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ とを、各々 $1 \times 10^{-3}$ モル分率、 $8 \times 10^{-3}$ モル分率、キャリアガス $\text{H}_2$ を6 L/分供給する。

得られた、InN単結晶膜は高品質であった。

#### (発明の効果)

この発明の窒素化合物単結晶膜の製造方法は、窒素源として、アルキルアミン化合物を用いている。この発明の方法は、低温度で高品質の窒素化合物の単結晶膜を成長させることができる。このため、基板上で歪や欠陥の少ない良質な窒素化合物

-10-

-11-

物単結晶膜を成長できる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図はこの発明の方法に使用するMOCVD装置の概略断面図。

第2図はこの発明の方法に使用するHVPE装置の概略断面図である。――

- 1……サファイア基板
- 2……カーボンサセプタ、
- 3……高周波誘電加熱コイル、
- 4……シャフト、
- 5、6……フランジ、
- 7……石英反応管、
- 8、9、10……ガス配管、
- 11……石英反応管、
- 12……感熱加熱ヒーター、
- 13……操作棒、
- 14……サファイア基板
- 15……ガリウム ( $\text{Ga}$ )、
- 16、17、18……ガス配管、

-12-

—582—

